Crittbois
RESSOURCES & TRANSFERTS TECHNOLOGIQUES

RAPPORT D'ETUDES

Dossier n° 2013-629-3

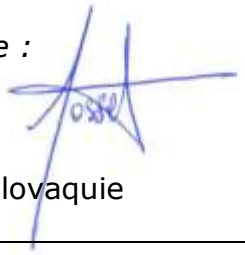
Mesure des émissions de COV d'une gamme de porte intérieure en hêtre

Slofra

Epinal, le 6 Février 2014

Responsable du projet :
Maelenn JOSSET

Signature :



Demandeur :
SLOFRA sro, Brezova 36, Spisska Nova Ves 05201, Slovaquie
Monsieur OLYMPE

Ce rapport contient 10 dont 1 page reprenant les conditions d'exploitation des résultats

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.

(Pour les essais :
- les résultats mentionnés dans ce rapport ne sont applicables qu'à l'échantillon soumis à l'essai, et tel qu'il est décrit dans le présent document,
- toute communication relative aux résultats des prestations d'essais est soumise aux termes des conditions générales d'exploitation rappelées en dernière page.)

PAGE BLANCHE

SOMMAIRE

1. OBJECTIF DE L'ETUDE 4

2. METHODE D'ESSAI 4

3. REFERENCE 4

3.1 Prélèvement, envoi, et stockage de l'échantillon 4
3.2 Conditionnement en chambre d'émission 4
3.3 Prélèvement et analyse 4
3.4 Scénario et classe d'émission 5

4. DESCRIPTION ET SUIVI DE L'ECHANTILLON 5

5. PREPARATION DE L'EPROUVETTE D'ESSAI 5

6. CONDITIONNEMENT DE L'EPROUVETTE 5

7. CONDITIONS DE PRELEVEMENT DES COV ET DES ALDEHYDES 6

8. CONDITIONS D'ANALYSES DES PRELEVEMENT COV ET ALDEHYDES 6

8.1 Désorption thermique (TD) 7
8.2 Chromatographie en phase gazeuse 7
8.3 Spectrométrie de masse 8
8.4 Chromatographie liquide 8

9. RESULTATS DES ESSAIS 8

9.1 Concentration d'exposition 8
9.2 Classe d'émission et étiquetage du produit 9

CONDITIONS D'EXPLOITATION DES RESULTATS 10

1. Objectif de l'étude

L'objectif de l'étude est la mesure des émissions d'une gamme de porte intérieur en bois de hêtre massif afin de déterminer sa classe d'émission (A+ : très faible émission → C : Forte émission) permettant son étiquetage conformément au décret n° 2012-321 de Mars 2012 et à l'arrêté du 19 Avril 2011.

2. Méthode d'essai

L'échantillon a été envoyé selon les préconisations de la norme NF EN ISO 16000-11, et du protocole pour porte et fenêtre par la société SLOFRA. Dès sa réception, l'échantillon a été conditionné dans une enceinte climatique en attendant les essais, conformément à la norme NF EN ISO 16000-11.

Pour la mesure des émissions de COV, l'échantillon a été placé dans une chambre d'émission dont la température, l'humidité et le débit d'air spécifique par unité de surface sont contrôlés conformément à la norme NF EN ISO 16000-9. L'air dans la chambre d'émission a été analysé conformément à la norme NF ISO 16000-6 pour les COV et la norme NF ISO 16000-3 pour les aldéhydes, ce qui a permis d'obtenir un débit d'émission spécifique par unité de surface propre à l'échantillon pour chacun des composés ciblés.

Les concentrations d'exposition ont été calculées d'après un scénario d'émission précis, et la classe d'émission de l'échantillon a été déterminée à partir des valeurs limites données par l'arrêté du 19 Avril 2011.

3. Référence

3.1 Prélèvement, envoi, et stockage de l'échantillon

NF EN ISO 16000-11 : Air intérieur – Partie 11 : Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement – Echantillonnage, conservation des échantillons et préparation d'échantillons pour essais (AFNOR, août 2006).

Protocole de préparation des éprouvettes d'essai de portes et de fenêtre

3.2 Conditionnement en chambre d'émission

NF EN ISO 16000-9 : Air intérieur – Partie 9 : Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement – Méthode de la chambre d'essai d'émission (AFNOR, août 2006).

3.3 Prélèvement et analyse

NF ISO 16000-3 : Air intérieur – Partie 3 : Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés – Méthode par échantillonnage actif (AFNOR, Décembre 2011).
NF ISO 16000-6 : Air intérieur – Partie 6 : Dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et enceintes d'essai par échantillonnage actif sur l'adsorbant Tenax TA, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MS/FID (AFNOR, 2005).

3.4 Scénario et classe d'émission

Arrêté du 19 avril 2011 relatif à l'étiquetage des produits de construction ou de revêtement de mur ou de sol et des peintures et vernis sur leurs émissions de polluants volatils.

4. Description et suivi de l'échantillon

Nom de l'échantillon	Porte intérieure en hêtre
Nom du fournisseur	Slofra
Référence commercial	Nova
Descriptif du produit	Porte intérieure en hêtre
N° de série	490359
Processus de sélection des échantillons	Prélèvement au point de fabrication
Conditionnement pour l'envoi	Papier aluminium et film plastique type alimentaire
Zone de prélèvement de l'échantillon	Atelier
Date de production	2/12/2013
Date d'emballage	3/12/2013
Volume de la chambre d'émission	50.9 L
Durée du conditionnement	72 heures
Début de l'essai	21/12/2013 (15.00)
Prélèvement	24/12/2013 (15.15)
Humidité relative	50% ±3%
Température	23°C ±1°C
Nom et coordonnées de la personne ayant effectués les prélèvements et les analyses	27 rue Philippe Séguin, 88000 Epinal xavier.duret@cribois.net

5. Préparation de l'éprouvette d'essai

L'éprouvette est découpée de répondre aux critères énoncés par la norme NF EN ISO 16000-11 et le protocole porte. Les chants non émissifs et la face extérieure de l'échantillon constitué d'une portion de porte son recouvert de film plastique de type alimentaire pour les rendre non émissif. L'éprouvette est placée dans la chambre d'émission en verre préalablement nettoyée à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium.

6. Conditionnement de l'éprouvette

L'éprouvette d'essai a été placée dans la chambre d'émission pendant trois jours. Cette durée de conditionnement dans la chambre d'émission est le minimum requis par le décret.

Paramètres d'essai	**Conditions d'application**
Chambre d'essai d'émission	CLIMPAQ en verre
Volume de la chambre	0,0509 m^3

Durée du conditionnement Humidité relative	3 jours 50 ± 3 %
Température	23 ± 1 °C
Surface de l'éprouvette	0.050 m²
Taux de charge	0.98 m^2/m^3
Taux de renouvellement	0.96 h^{-1}
Débit d'air	0.82 L/min
Taux de ventilation spécifique (q)	0.98 $m^3.m^{-2}.h^{-1}$
Scénario	porte

7. Conditions de prélèvement des COV et des aldéhydes

Les prélèvements de l'air dans la chambre d'émission pour la mesure des COV sont réalisés conformément à la norme NF ISO 16000-6. Les mesures sont répétées deux fois. Une première série de mesures est réalisée avant la mise en place de l'échantillon dans le but de déterminer les concentrations présentent dans le fond. Une deuxième série de deux mesures est réalisée après 72 heures de conditionnement de l'échantillon dans la chambre. Le piégeage des composés se fait sur des tubes TENAX.

Nombre de tubes	2
Support adsorbant	Tenax TA
Durée du prélèvement	30 min
Débit de prélèvement	112.5 ml. min^{-1}
Volume de prélèvement	3.37 L

Pour les COV totaux, la mesure est réalisée en continue avec un analyseur FID.

L'analyse des aldéhydes est réalisée par piégeage sur des tubes de silice imprégnée de DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine) selon la norme NF ISO 16000-3.

Nombre de tubes	2
Support adsorbant	DNPH
Durée du prélèvement	60 min
Débit de prélèvement	105 ml. min^{-1}
Volume de prélèvement	6.3 L

8. Conditions d'analyses des prélèvement COV et aldéhydes

L'analyse est réalisée par couplage chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse (Clarus® 500 GC-MS, PerkinElmer) après désorption thermique (Turbomatrix Thermal Desorber, PerkinElmer) (Photo 1).

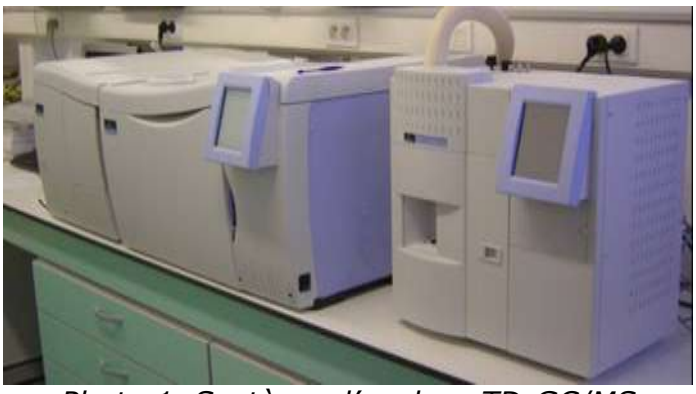


Photo 1. Système d'analyse TD-GC/MS

8.1 Désorption thermique (TD)

Les conditions analytiques de désorption thermique sont présentées dans le tableau 1.

Tableau 1. Conditions analytiques de la désorption thermique

Paramètres	Conditions analytiques
Durée de purge du tube	1 min
Température de désorption primaire	335°C
Durée de chauffage	15 min
Type de piège secondaire	Tenax® TA
Température basse du piège secondaire	-25°C
Température haute du piège secondaire	300°C
Vitesse de réchauffement du piège secondaire	99°C/s
Durée de maintien du piège à température haute	10 min
Température de la vanne	250°C
Température de la ligne de transfert	250°C
Débit de désorption du tube	50 ml/min
Débit de désorption du piège secondaire	35 ml/min
Débit de division de flux en entrée	0 ml/min
Débit de division de flux en sortie	0 ml/min
Débit de colonne	~1 ml/min

8.2 Chromatographie en phase gazeuse

La séparation des composés est réalisée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire en silice fondue greffée 100 % diméthylpolysiloxane (DB-1ms, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm) reliée au système de désorption par une ligne de transfert (250°C), le débit du gaz vecteur (hélium) est d'environ 1 ml/min.

La programmation du four GC est la suivante : 40°C pendant 3 min / 40°C à 150°C (5°C/min) / 150°C à 300°C (15°C/min) / 300°C pendant 5 min.

Les conditions analytiques de la chromatographie en phase gazeuse sont rassemblées dans le tableau 2.

Tableau 2. Conditions analytiques de la chromatographie en phase gazeuse

Paramètres	Conditions analytiques
Type de colonne	DB-1ms (30 m x 0,25 mm, 0,25 µm) (100 % diméthylpolysiloxane)
Gaz vecteur	Hélium
Débit de colonne	~1 ml/min
Température du four	40°C pendant 3 min / 40°C à 150°C (5°C/min) / 150°C à 300°C (15°C/min) / 300°C pendant 5 min
Durée de l'analyse	40 min

8.3 Spectrométrie de masse

Les conditions d'analyse en spectrométrie de masse sont les suivantes (tableau 3) : ionisation électronique (énergie d'ionisation de 70 eV), température de la ligne de transfert 350°C, température de la source 250°C, détection en mode balayage (ions de rapport m/z 35 à 350) et en mode SIR (Single Ion Recording).

Avant de procéder aux analyses, le spectromètre de masse est calibré à l'aide du perfluorotributylamine (PFTBA) en ajustant l'intensité relative et la résolution des ions de rapport m/z 69, 131, 219 et 502.

Tableau 3. Conditions analytiques du spectromètre de masse

Paramètres	Conditions analytiques
Mode	Ionisation électronique (70 eV)
Température de la ligne de transfert	350°C
Température de la source	250°C
Analyse en mode balayage	Gamme de rapports m/z balayée : 35 à 350

8.4 Chromatographie liquide

Tableau 4. Conditions analytiques de la chromatographie liquide

Analyse des aldéhydes	
Détecteur	UV-VIS à barrette de diodes
Colonne	2 Phase inverse C18, 5µm, diamètre = 4,6mm, L = 25 cm, tube Inox
Débit d'élution	1 ml/min
Température de la colonne	40°C

9. Résultats des essais

9.1 Concentration d'exposition

La concentration d'exposition est calculée pour une pièce de référence donnée dans l'arrêté du 19 Avril 2011.

N° CAS	Nom du composé	Concentration (µg.m^{-3})
50-00-0	Formaldéhyde	0.65
75-07-0	Acétaldéhyde	2.37
108-88-3	Toluène	1.79
127-18-4	Tétrachloroéthylène	Nd
1330-20-7	Xylène	0.12
95-63-6	1,2,4-triméthylbenzène	0.03
106-46-7	1,4-Dichlorobenzène	Nd
100-41-4	Ethylbenzène	0.03
111-76-2	2-butoxyéthanol	0.05
100-42-5	Styrène	0.02
COVT		32.17

9.2 Classe d'émission et étiquetage du produit

L'étiquetage du produit doit correspondre à la classe d'émission la plus pénalisante parmi les COV totaux et les COV cibles. L'étiquetage du produit doit être conforme à la classe A+ pour un essai à trois jours.

CLASSES	C	B	A	A +
Formaldéhyde	>120	<120	<60	<10
Acétaldéhyde	>400	<400	<300	<200
Toluène	>600	<600	<450	<300
Tétrachloroéthylène	>500	<500	<350	<250
Xylène	>400	<400	< 300	<200
1,2,4-Triméthylbenzène	>2000	<2000	<1500	<1000
1,4-Dichlorobenzène	>120	<120	<90	<60
Ethylbenzène	> 1500	<1500	<1000	<750
2-Butoxyéthanol	>2000	<2000	<1500	<1000
Styrène	>500	<500	<350	<250
COVT	>2000	<2000	<1500	<1000

CONDITIONS D'EXPLOITATION DES RESULTATS

Nous vous rappelons que les résultats donnés dans le cadre d'essais et/ou d'études reposent sur des mesures effectuées sur des échantillonnages dont vous avez - sauf spécification contraire - l'entière responsabilité quant à leur représentativité et leur reproductibilité industrielle.

Le caractère significatif des essais relatés dans le présent rapport est soumis :

- à la représentativité des échantillons examinés par rapport à la population dont ils sont issus,
- à l'homogénéité de cette population.

Le présent rapport atteste uniquement des caractéristiques de l'échantillon soumis aux essais et ne préjuge pas des caractéristiques de produits similaires.
Toute utilisation des résultats d'essais et/ou toute référence à ces essais de nature à tromper le consommateur ou l'utilisateur du produit pourra faire l'objet de poursuite conformément à la législation en vigueur.

Si une entreprise, propriétaire d'un rapport d'essai réalisé par CRITT Bois, souhaite en faire mention dans sa documentation technique, les conditions suivantes devront être respectées :

- la communication doit se faire en référence au seul produit testé
- le produit commercialisé est identique en tous points, au produit testé.

A ces conditions, la communication pourra se faire en portant la mention suivante « essai Critt Bois n° XXX/date + les principales caractéristiques testées »

Si votre étude a nécessité le test de matériaux ou de produits, nous vous rappelons que vos échantillons seront conservés pendant une durée de 1 mois après les essais.
Passé ce délai, ils vous seront retournés ou détruits, et quelle que soit l'option retenue, les frais liés restent à votre charge.